



中 华 人 民 共 和 国 国 家 标 准

GB/T 17830—1999

聚乙氧基化非离子表面活性剂中
聚乙二醇含量的测定 高效液相色谱法

Determination of polyethylene glycol in polyethoxylated
nonionic surfactants by HPLC

1999-08-12 发布 2000-02-01 实施

国家质量技术监督局 发布

前 言

聚乙二醇含量的测定是生产醇醚产品时控制其性能的必要手段之一。国际标准方法是采用两相萃取的 Weibull 法,操作繁琐,周期长达 8 h,不利于生产过程的中间控制和日常检测。本标准采用反相高效液相色谱外标法测定聚乙二醇含量,可以克服 Weibull 法的缺点,迅速得到结果。

本标准由国家轻工业局提出。

本标准由全国表面活性剂洗涤用品标准化中心归口。

本标准由中国日用化学工业研究所负责起草。

本标准主要起草人:姚晨之。

聚乙氧基化非离子表面活性剂中
聚乙二醇含量的测定 高效液相色谱法

GB/T 17830—1999

Determination of polyethylene glycol in polyethoxylated
nonionic surfactants by HPLC

1 范围

本标准规定了测定聚乙氧基化非离子表面活性剂中聚乙二醇(PEG)含量的高效液相色谱(HPLC)法。
本标准适用于测定聚乙氧基化脂肪醇和聚乙氧基化烷基酚中聚乙二醇的含量。

2 原理

以C₁₈硅胶键合相柱,纯甲醇或甲醇/水混合溶剂作流动相,对醇醚型非离子表面活性剂进行反相高效液相色谱法分离,聚乙二醇由于极性较高最先洗脱,从而与表面活性剂主成分发生分离。用示差折光检测器检测流出物,并记录所分离的组分的保留时间及其峰面积。根据已知重量的一定聚合度的聚乙二醇在相同的分析条件下所得到的色谱保留时间及峰面积来确认样品中的聚乙二醇峰,并通过计算仪器的响应因子来求得分析样品中聚乙二醇的百分含量。

3 试剂材料

- 3.1 甲醇:分析纯。
- 3.2 去离子水。
- 3.3 聚乙二醇:分子量 600~2 000。

4 仪器

- 4.1 容量瓶:25 mL。
- 4.2 滤膜及过滤器:0.45 μm 孔径。
- 4.3 微量注射器。
- 4.4 高压液体输送泵。
- 4.5 示差折光检测器。
- 4.6 色谱柱:C₁₈硅胶键合相。

5 程序

- 5.1 色谱条件
 - a) 温度:室温;

- b) 流动相: 甲醇或甲醇/水(90 : 10 V/V)的混合溶剂¹⁾, 使用前经 0.45 μm 滤膜过滤并脱气;
- c) 流速: 1 mL/min;
- d) 色谱柱: C₁₈ 硅胶键合相, 10 μm;
- e) 检测器: 示差折光检测器, 灵敏度根据具体分析而定²⁾。

5.2 试样溶液

称取分析样品 0.2 g~4 g(精确至 0.000 2)及一定量聚乙二醇标样³⁾, 分别用流动相溶解后, 定量转移至 25 mL 容量瓶内, 并用流动相稀释至刻度, 摇匀。分别用 0.45 μm 的滤膜过滤, 滤液供色谱分析用。

5.3 色谱分析

开启仪器, 按高效液相色谱法一般的操作规程设定好色谱条件, 并稳定必要的时间。
将准备好的分析样品和标准样品溶液分别进样, 进行色谱分析, 记录相应的分离结果。进样量适量, 在分析中应保持一致, 并且使标样与分析样品保持一致。

6 试验结果的计算

根据标准的聚乙二醇峰的保留时间确认分析样品中的聚乙二醇峰, 并按式(1)计算聚乙二醇的百分含量。

$$\text{PEG}(\%) = \frac{A_S \cdot V_S}{m_S \cdot U_S} \times \frac{m_R \cdot U_R}{A_R \cdot V_R} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中: A_S——样品的聚乙二醇峰面积;
A_R——标样的聚乙二醇峰面积;
V_S——样品的定容体积, mL;
V_R——标样的定容体积, mL;
m_S——样品的称样量, g;
m_R——标样的称样量, g;
U_S——样品的进样体积, μL;
U_R——标样的进样体积, μL。

7 精密度

聚乙二醇含量平行测定结果之差应不超过平均值的 10%。

8 试验报告

- 试验报告应包括如下内容:
- a) 送样单位、送样日期;
 - b) 试样名称、检验项目;
 - c) 测试方法标准编号及名称;
 - d) 试验结果和表示方法;

1) 在采用单一甲醇溶剂作流动相时, 如发生聚乙二醇与醇醚峰分离度较差, 使聚乙二醇峰面积定量误差较大时, 可改用甲醇/水的混合溶剂作流动相。
2) 由于示差折光信号对温度很敏感, 在测定过程中最好保持检测器处于恒温状态下, 有条件的可维持检测器温度高于室温 3~5℃的某一温度下。
3) 聚乙二醇标样的浓度应尽量与分析样品中聚乙二醇的浓度接近。这可以先对分析样品进行 HPLC 分离, 根据 PEG 出峰大小来计算所需配制的聚乙二醇标样浓度, 重新校正仪器的响应因子。如样品和标样水分含量较高(0.3%以上), 在用流动相溶解前应将盛有样品的烧杯置于干燥器中 48 h 左右, 使水分含量降至 0.3%以下。

- e) 试验日期、试验人员；
- f) 试验结果的有关说明。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
聚乙氧基化非离子表面活性剂中
聚乙二醇含量的测定 高效液相色谱法

GB/T 17830—1999

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

电 话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 4 千字

1999 年 11 月第一版 1999 年 11 月第一次印刷

印数 1—1 000

*

书号: 155066 · 1-16262 定价 8.00 元

*

标 目 391—36



GB/T 17830-1999